

Penetapan kadar squalen pada minyak ikan dengan cara ekstraksi

PENETAPAN KADAR SQUALEN PADA MINYAK IKAN
DENGAN CARA EKSTRAKSI
RSNI

1. PENDAHULUAN

Metoda ini dapat digunakan untuk semua jenis minyak.

Zat-zat lemak pada minyak diubah menjadi sabun pada proses penyabunan dengan alkali etanolik, larutan diencerkan dengan air dan bahan-bahan tak tersabunkan diekstraksi dengan dietil ether.

Bahan tak tersabunkan meliputi hidrokarbon, alkohol tingkat tinggi dan sterol (seperti kolesterol). Khususnya untuk jenis minyak hati ikan cucut (terutama cucut dari jenis squalidae) dengan kemurnian tertentu mengandung 80-85% kadar squalen dari bahan tak tersabunnya.

Squalen yang didefinisikan sebagai hidrokarbon tak jenuh yang terdapat dalam minyak hati ikan cucut dapat diekstrak dengan pelarut yang tepat/cocok, tetapi tidak menguap bila dikeringkan pada suhu 80°C. Squalen memiliki titik beku rendah (-70°C) dan titik didih tinggi (330°C).

Gangguan-gangguan yang mungkin terjadi yaitu sulit menghilangkan hidrokarbon lain dari squalen.

Contoh diambil dari lot yang mewakili dan disimpan dalam ruang gelap dan suhu yang sejuk.

Campur atau kocok sebaik-baiknya hingga homogen sebelum dianalisa.

2. BAHAN KIMIA

1. KOH.
 - a. KOH etanolic 2 N (112,2 gr KOH/liter etanol), harus baru.
 - b. KOH encer 0.5 N (28,05 gr KOH/liter H₂O).
2. Etanol.
3. Diethyl ether.
4. Indikator phenol-phthalein (PP) 1% (1 gr PP/100 ml ethanol).
5. Aceton atau gas Nitrogen.

3. PERALATAN

1. Selubung pemanas basah (water bath).
2. Pendingin reflux.
3. Labu alas bulat.
4. Corong pisah bertutup.
5. Gelas ukur.

4. PROSEDUR

1. Timbang tepat 5 gr contoh (minyak) kedalam labu alas bulat.
2. Tambahkan 50 ml KOH Etanol 2 N, pasang ke kondensor di atas selubung pemanas dan panaskan selama 1 jam.
3. Setelah pemanasan selesai (sebelum dingin) cabut kondensor dan bilas sisa-sisa lemak pada kondensor dengan H₂O 40 ml dan di ethyl ether 25 ml.
4. Pindahkan isi labu alas bulat ke dalam corong pisah, bilas labu alas bulat dengan di ethyl ether pelan-pelan (jumlah total 100 ml). Tutup dan kocok kuat-kuat, diamkan hingga terjadi pemisahan Dua fase (apabila masih terlihat seperti emulsi, kurangi suasana yang basa tersebut dengan menambahkan beberapa tetes NaCl jenuh) dan kocok kuat-kuat hingga terjadi pemisahan (pencucian I).
5. Pindahkan lapisan sabun (bagian bawah) kedalam labu alas bulat semula, dan bahan tak tersabunkan (bagian atas) ke-

- dalam corong pemisah lain yang berisi 40 ml H₂O.
6. Ekstrak larutan sabun dengan 100 ml diethyl eter sebanyak 2 kali lagi (lakukan seperti langkah 4.4 dst), hasil ini adalah pencucian II dan III.
 7. Bahan tak tersabun yang diperoleh dari hasil pencucian I;II dan III dicuci dengan 50 ml H₂O, tutup dan kocok kuat-kuat sampai terjadi pemisahan dua fase, buang bagian bawah (H₂O) dan cuci bagian atas dengan 50 ml H₂O lagi sebanyak 3 kali (lakukan seperti pencucian diatas).
 8. Cuci bahan tak tersabunkan dengan 40 ml KOH encer 0,5 N tutup dan kocok kuat-kuat (lakukan seperti langkah (4.7), lakukan pencucian ini sebanyak 2 kali.
 9. Cuci lagi dengan H₂O berulang-ulang (seperti langkah 4.7) sampai air pencucian terakhir tidak memberikan warna merah muda apabila ditetesi indikator pp 1%.
 10. Siapkan labu alas bulat bersih yang telah dikeringkan (dalam oven) dan ditimbang.
 11. Masukkan bahan tak tersabunkan hasil pencucian diatas kedalam labu alas bulat yang telah ditimbang, dan uapkan uapkan (evaporasi) sampai semua dietil eter habis menguap. Semprotkan gas nitrogen kedalam labu alas bulat sampai tidak tercium bau dietil eter lagi.
 12. Masukkan labu alas bulat ke dalam oven pada suhu 80°C selama 15 menit kemudian didinginkan didalam desikator dan ditimbang.
 13. Perhitungan

$$\% \text{ Squalen} : \frac{A - B}{C} \times 0.8 \times 100$$

A : Berat labu dan isi
 B : Berat labu kosong
 C : Berat Contoh
 0.8: Ketetapan kadar squalen dalam bahan tak tersabunkan

5. KETEPATAN DAN KETELITIAN

Ketepatan metoda ini diatas 90%.

